

INPI 04/00014

PT 04/00014

S. U. R.

PORTUGAL

MINISTÉRIO DA ECONOMIA

RECD 28 JUN 2004

WIPO PCT

**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

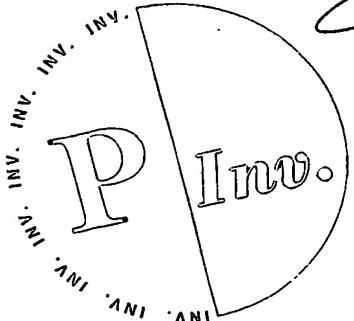
**CERTIFICADO DE PEDIDO  
DE PATENTE DE INVENÇÃO**

Certifica-se que os documentos em anexo estão conforme o original do pedido de patente de invenção n.º 102976.

O pedido foi apresentado no INPI no dia 20 de Junho de 2003.

Instituto Nacional da Propriedade Industrial, 14 de Junho de 2004

*Pelo Presidente do Conselho de Administração  
do Instituto Nacional da Propriedade Industrial*



**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



INSTITUTO NACIONAL  
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

Campo das Cebolas - 1149-035 LISBOA - Portugal  
Telef.: +351 21 881 81 00 - Linha Azul: 808 20 06 89  
Fax: +351 21 886 00 66 - +351 21 887 53 08  
E-mail: inpi@mail.telepac.pt

Campo das Cebolas - 1149-035 LISBOA  
Telef: 21 888 51 51 / 2 / 3  
Linha Azul: 21 888 10 78 Fax: 21 887 53 08 / 21 886 00 66  
E-mail: inpi@mail.telepac.pt



INSTITUTO NACIONAL  
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

PAT / MOD 4

FOLHA DO RESUMO

PAT. INV.  MOD. UTI.  MOD. IND.  DES. IND.  TOP. SEMIC.

CLASSIFICAÇÃO INTERNACIONAL (51)

Nº de Objectos \_\_\_\_\_ Nº de Desenhos \_\_\_\_\_

Nº 102976 (11) DATA DO PEDIDO 20/06/2003 (22)

REQUERENTE (71)

(NOME E MORADA) INSTITUTO SUPERIOR TÉCNICO, Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa e  
QUINTA DE PANCAS, VINHOS S.A., Quinta de Pancas 2560-354 Alenquer

CÓDIGO POSTAL \_\_\_\_\_

INVENTOR (ES) / AUTOR (ES) (72)

Maria Norberta Neves Correia de Pinho  
Fernando Manuel da Silva Gonçalves

REIVINDICAÇÃO DE PRIORIDADE (S) (30)

DATA DO PEDIDO	PAÍS DE ORIGEM	Nº DO PEDIDO

FIGURA ( para interpretação do resumo )

EPÍGRAFE (54)

PROCESSO INTEGRADO DE NANOFILTRAÇÃO  
PARA REDUÇÃO DO TEOR ALCOÓLICO DE  
BEBIDAS

RESUMO (max 150 palavras) (57)

A invenção refere-se a um processo para redução do teor alcoólico de bebidas, nomeadamente vinho, preservando as características organolépticas da bebida original. O processo consiste na remoção total ou parcial do etanol usando membranas de nanofiltração, que permitem a passagem de uma mistura de água, etanol e alguns sais, mantendo os compostos aromáticos na bebida original. O permeado, a mistura de água e etanol que atravessa a membrana, é submetido a uma operação de destilação para remoção do etanol. Esta corrente, após a remoção do etanol, é recirculada à bebida a tratar, permitindo a obtenção de um produto de menor teor alcoólico e que mantém as suas propriedades organolépticas originais.

## DESCRIÇÃO

### Processo integrado de nanofiltração para redução do teor alcoólico de bebidas.

A presente invenção refere-se a um processo que permite reduzir o teor alcoólico em bebidas alcoólicas preservando as características organolépticas da bebida original. Mais precisamente, este processo consiste na remoção de uma mistura de água e etanol do vinho, através do uso de membranas de nanofiltração. Esta mistura de água e etanol é submetida a destilação, sendo o produto de base da destilação, constituído maioritariamente por água, que é reincorporado na bebida a tratar. Este processo poderá ser aplicado a bebidas alcoólicas tais como vinho, cerveja ou cidra.

Para este objectivo de redução do teor de etanol em bebidas alcoólicas várias abordagens têm sido propostas e implementadas industrialmente. Na sua maior parte, estas abordagens baseiam-se na evaporação do etanol através de técnicas, como a destilação, a evaporação sob vácuo, a extração de etanol por contacto com uma corrente gasosa em contracorrente, etc. Estas técnicas provocam no entanto, uma remoção de compostos aromáticos voláteis conjuntamente com o etanol, e dão como resultado num produto pouco aromático e sem interesse. Uma solução para este problema consiste em, numa segunda operação de destilação, separar os compostos aromáticos do etanol e reincorporá-los na bebida a tratar. Embora esta solução reduza a perda de aroma, toda esta manipulação das substâncias aromáticas altera negativamente o perfil aromático da bebida original.

O uso de extração supercrítica tem também sido usado na remoção de álcool. Esta tecnologia também provoca a remoção de aromas juntamente com o etanol, pelo que acarreta também uma segunda operação para recuperação dos aromas e sua reincorporação na bebida a tratar, com as consequentes desvantagens do ponto de vista organoléptico.

Outra abordagem consiste na utilização de membranas de osmose inversa. Estas membranas permitem a permeação de água e etanol por aplicação de pressões elevadas. Assim, a partir da bebida original obtém-se duas correntes: uma de permeado contendo água e etanol, e uma de retentado mantendo os restantes compostos, macromoléculas, sais, etc. Por exemplo nas patentes FR 2620129, Dikansky et al., e US 5,324,435, Girard et al. reportam o uso da osmose inversa para remover álcool de vinho, sendo o decréscimo de volume resultante da permeação

compensado pela adição de água ao retentado. Na patente US 4,999,209, Gnekow reporta o uso de uma segunda unidade de osmose inversa para produzir água purificada para incorporar no retentado. Devido ao teor de etanol no permeado ser baixo, as quantidades de água removida podem ser significativas o que leva à adição de uma grande quantidade de água ao retentado. Uma forma de contornar este problema consiste em usar a própria água presente no permeado após destilação do mesmo tal como é descrito na patente US 4,812,232 por Weiss, e na patente WO 93 23151 por Smith. As membranas de osmose inversa requerem o uso de pressões muito elevadas, normalmente superiores a 40 bar, o que representa para além de um consumo energético considerável, possíveis alterações das propriedades organolépticas do vinho.

A presente invenção tem por objectivo um processo de remoção de etanol baseado no uso de membranas de nanofiltração e reincorporação do permeado desalcoolizado na bebida a tratar. As membranas de nanofiltração permitem maiores fluxos que as de osmose inversa, bem como uma maior passagem de solutos como o etanol e alguns sais. O uso de membranas de nanofiltração para a remoção de etanol, afigura-se vantajoso em relação às de osmose inversa por permitirem uma maior passagem desta substância e consequentemente ser necessário um menor volume de permeação. Outra vantagem do uso deste tipo de membranas reside no facto de o permeado ser mais rico em etanol do que o obtido com membranas de osmose inversa, o que se traduz numa menor diferença de pressões osmóticas entre o retentado e o permeado, ou seja menores pressões de trabalho. Estas membranas, contrariamente às de osmose inversa, permitem a passagem de alguns sais. A permeação de alguns iões poderá constituir uma vantagem, como é o caos do ião acetato, pois poderão ser eliminados da bebida a tratar. Os iões que atravessam a membrana para o permeado são na sua maioria sais ou ácidos não voláteis pelo que podem ser reincorporados no vinho conjuntamente com o permeado desalcoolizado como é explicado mais adiante. As macromoléculas, e os compostos aromáticos da bebida original mantêm-se praticamente na totalidade no retentado, pelo que o corpo, o sabor, a intensidade aromática e o perfil aromático da bebida original mantêm-se inalterados.

O permeado obtido por nanofiltração é sujeito a uma operação de remoção do etanol, após o que é reincorporado na bebida original. A remoção do etanol é levada a cabo por destilação ou evaporação, que pode ser efectuada à pressão atmosférica ou a

pressão reduzida. Desta operação de destilação obtém-se uma corrente de topo composta maioritariamente por etanol e uma corrente de base constituída por água alguns sais e uma pequena quantidade de etanol. Ao reintroduzir-se este produto de base da destilação na bebida original obtém-se uma bebida cujo teor alcoólico foi diminuído. A diminuição de volume da bebida a tratar correspondente ao volume da corrente de topo da destilação, pode ser compensada pela adição de água purificada na bebida a tratar.

A figura 1 representa esquematicamente o processo de redução do teor alcoólico conforme a invenção. A bebida a tratar é alimentada pela entrada 1 ao reservatório 2 onde será mantida durante o tratamento. A saída 4 do reservatório conduz o líquido para o circuito de tratamento enquanto que a saída 3 se destina à recolha do líquido tratado. A bomba 5 é responsável pela circulação do líquido a tratar, bem como da sua pressurização antes da entrada no módulo de membranas de nanofiltração 6. Após a passagem pelo módulo de membranas a corrente do retentado 7 é recirculada ao reservatório 2 e a corrente de permeado 8 dá entrada num aparelho de destilação ou evaporação para que lhe seja removido o etanol. O produto de fundo da destilação 10 constitui o permeado ao qual foi removido o etanol e é então conduzido ao reservatório 2 através da entrada 11. O produto de topo da destilação 12 é constituído principalmente por etanol, que é recolhido na saída 13. A operação de destilação pode ser operada em modo contínuo ou descontínuo. A diminuição de volume da bebida, correspondente ao volume de destilado, pode ser compensada pela adição de água purificada ao reservatório 2 pela entrada 14.

Este processo pode ser operado em contínuo com entrada da bebida pela entrada 1 e saída da bebida tratada pela saída 3, ou em descontínuo com enchimento do reservatório 2 e recirculação do líquido até se obter o grau alcoólico desejado.

#### EXEMPLO 1

Um volume de 3 litros vinho rosé com 10.7% alcool v/v, foi tratado usando membranas de nanofiltração HC50 (DDS, Dinamarca) com uma área total de 0.108 m<sup>2</sup>. O vinho pressurizado a 15 bar circulou tangencialmente à membrana durante 3 horas à temperatura de 25°C, tendo-se recolhido 1.05 litros de permeado. O permeado foi submetido a evaporação sob vácuo à temperatura de 40 °C. Obteve-se um produto concentrado em etanol contendo cerca de 80% v/v e um produto desalcoolizado contendo 0.5% v/v de etanol. Este produto desalcoolizado foi

100

misturado com 1.9 litros de retentado, resultando num vinho cujo teor alcoólico foi reduzido para 7.3% v/v. O vinho original e o vinho com teor alcoólico reduzido foram comparados por um painel de 4 provadores. Verificou-se que o vinho com teor alcoólico reduzido apresentava o mesmo sabor e perfil aromático do vinho original.

As membranas foram regeneradas através da circulação tangencial de água à temperatura ambiente durante 30 minutos. Esta regeneração permitiu o estabelecimento de 98% do fluxo original de permeação, possibilitando a reutilização das membranas com a manutenção as suas características iniciais.

## EXEMPLO 2

Um volume de 2.25 litros vinho rosé com 11.1% alcool v/v, foi tratado usando membranas de nanofiltração HC50 (DDS, Dinamarca) com uma área total de 0.108 m<sup>2</sup>. O vinho pressurizado a 15 bar circulou tangencialmente à membrana durante um hora e quarenta minutos à temperatura de 25°C, tendo-se recolhido 0.84 litros de permeado. O permeado foi submetido a evaporação sob vácuo à temperatura de 40 °C. Obteve-se um produto concentrado em etanol contendo cerca de 80% v/v e um produto desalcoolizado contendo 0.5% v/v de etanol. Este produto desalcoolizado foi misturado com 1.4 litros de retentado, resultando num vinho cujo teor alcoólico foi reduzido para 8% v/v. O vinho original e o vinho com teor alcoólico reduzido foram comparados por um painel de 4 provadores. Verificou-se que o vinho com teor alcoólico reduzido apresentava o mesmo sabor e perfil aromático do vinho original.

As membranas foram regeneradas através da circulação tangencial de água à temperatura de 50-60°C durante 30 minutos seguida de uma solução de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.1%, pH 9, à temperatura 50-60°C durante 45 minutos. Esta regeneração permitiu o estabelecimento de 99% do fluxo original de permeação, possibilitando a reutilização das membranas com a manutenção as suas características iniciais.

Lisboa, 18 de Junho de 2003

*[Signature]*

O Presidente do Instituto Superior Técnico

*[Signature]*

(Prof. Carlos Matos Ferreira)

Quinta de Pancas, Vinhos S.A. **QUINTA DE PANCAS - VINHOS, S.A.**

*Fernão Vaz Pinto*

(Dr. Fernão Vaz Pinto)

*Joaquim de Queiroz Guimarães*

(Dr. Joaquim de Queiroz Guimarães)

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo de redução do teor alcoólico de bebidas caracterizado por ser realizado num circuito com as seguintes etapas:
  - a. Escoamento da bebida a partir de um reservatório de alimentação e sua circulação, sob uma pressão inferior a 40 bar, tangencialmente a uma membrana de nanofiltração para produção de duas correntes:
    - i. Uma de retentado que não atravessa a membrana.
    - ii. Uma de permeado que atravessa a membrana e que é constituída por água, etanol e alguns sais.
  - b. Reincorporação do retentado no reservatório de alimentação contendo a bebida a tratar.
  - c. Destilação do permeado, à pressão atmosférica ou sob vácuo, originando uma corrente de topo rica em etanol e uma corrente de base constituída por permeado desalcoolizado.
  - d. Reincorporação do permeado desalcoolizado no reservatório contendo a bebida a tratar.
  - e. Compensação total ou parcial da diminuição de volume da bebida, causada pela remoção do etanol, por adição de água purificada.
2. Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado por as membranas poderem ser configuradas para se deixar atravessar selectivamente por espécies iónicas segundo a sua carga.
3. Processo de acordo com as reivindicações de 1 a 2 caracterizado por ao permeado desalcoolizado (1.c) poderem ser total ou parcialmente removidas as espécies iónicas.
4. Processo de acordo com as reivindicações de 1 a 3 caracterizado pelas membranas serem regeneradas, com estabelecimento de pelo menos 90% dos fluxos originais de permeação, através da circulação tangencial de água à temperatura ambiente.
5. Processo de acordo com as reivindicações de 1 a 4 caracterizado pelas membranas serem regeneradas, com estabelecimento de pelo menos 90% dos fluxos originais de permeação, através da circulação tangencial de água à temperatura 50-60°C.

KDR

6. Processo de acordo com as reivindicações de 1 a 5 caracterizado pelas membranas serem regeneradas, com estabelecimento de pelo menos 90% dos fluxos originais de permeação, através da circulação tangencial de soluções aquosas de uma base fraca, com controle de pH de 8 a 11, variando este de acordo com o tempo de lavagem.
7. Processo de acordo com a reivindicação anterior caracterizado por se utilizar preferencialmente um pH entre 8 e 9 para lavagens prolongadas.
8. Processo de acordo com a reivindicações anteriores caracterizado por a operação ser realizada em modo descontínuo ou em modo contínuo.
9. Processo de acordo com as reivindicações anteriores caracterizado por o produto final ser obtido por mistura da bebida original com bebida tratada por este processo.
10. Processo de acordo com as reivindicações anteriores caracterizado por o produto final apresentar as mesmas características organolépticas da bebida original, nomeadamente, corpo, sabor, intensidade aromática e perfil aromático.
11. Utilização do processo descrito nas reivindicações anteriores caracterizado por poder ser aplicado na redução e/ou remoção do álcool de bebidas como por exemplo: vinho, cerveja, cidra, hidromel e saké.

Lisboa, 18 de Junho de 2003

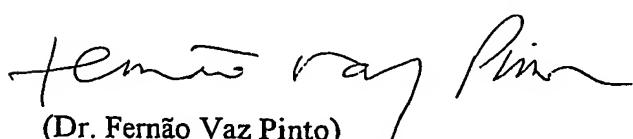
O Presidente do Instituto Superior Técnico



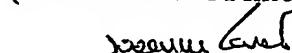
(Prof. Carlos Matos Ferreira)

Quinta de Pancas, Vinhos S.A.

**QUINTA DE PANCAS - VINHOS, S.A.**



(Dr. Fernão Vaz Pinto)



(Dr. Joaquim de Queiroz Guimarães)

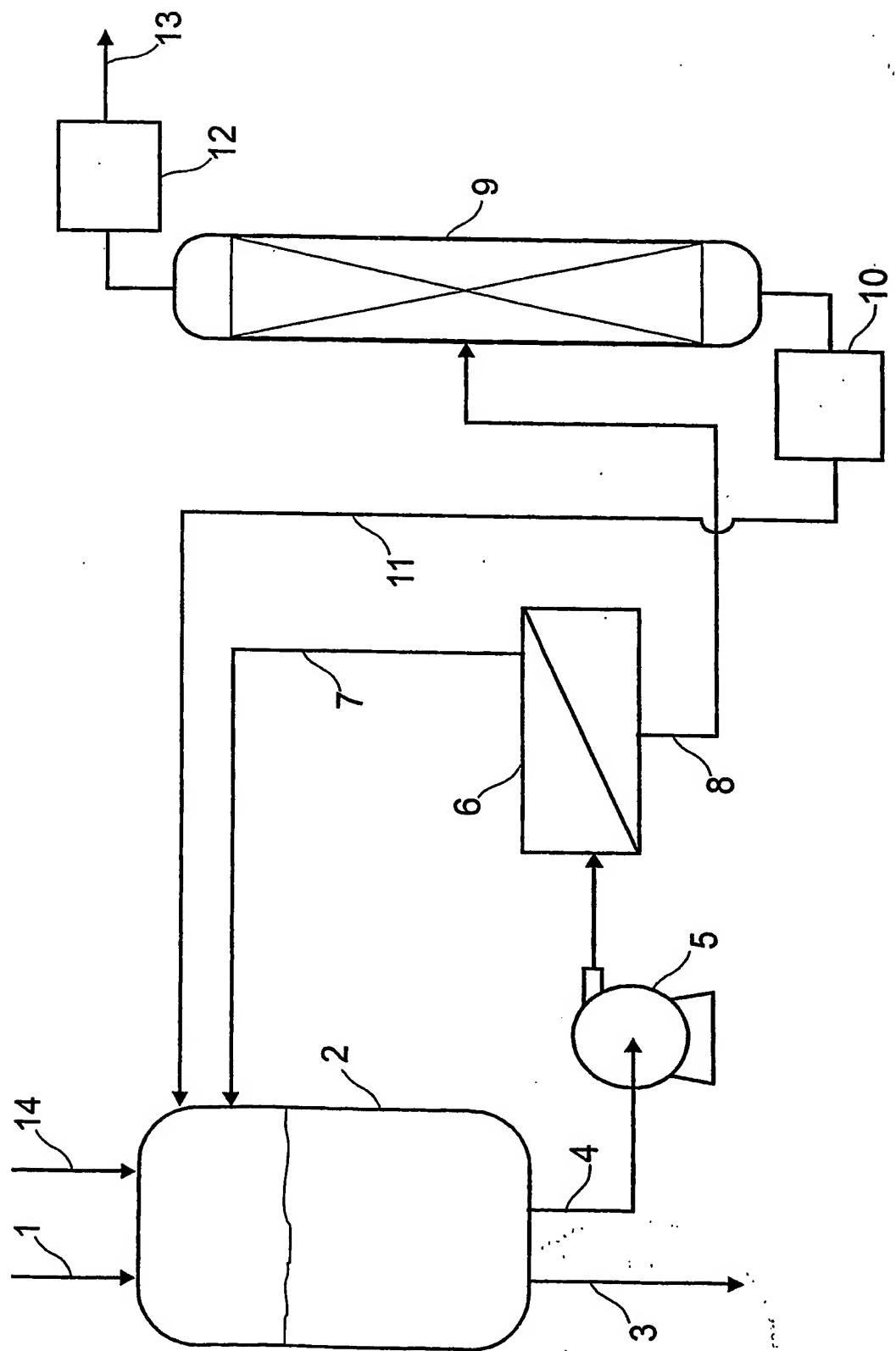


Figura 1